

# *Наноэлектроника*

## *Практическое занятие 5*

к.т.н., доц. Марончук И.И.

# ТЕХНИЧЕСКИЕ СРЕДСТВА НАНОТЕХНОЛОГИЙ

Диагностика и методы  
исследования  
нанообъектов и наносистем

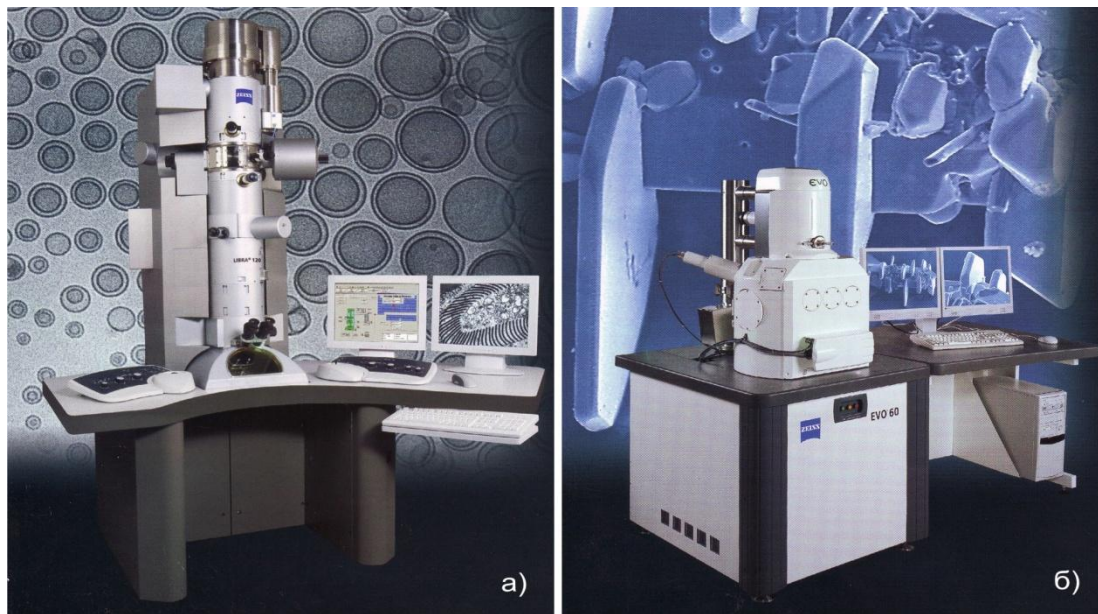
**Электронная микроскопия**

**Часть 1. Просвечивающая  
Электронная микроскопия**

**Электронная микроскопия** - совокупность методов исследования с помощью электронных микроскопов микроструктуры тел (вплоть до атомно-молекулярного уровня), их локального состава и локализованных на поверхностях или в микрообъёмах тел электрических и магнитных полей (микрочерез).

**Электронный микроскоп** - это прибор, который дает возможность получать сильные увеличения объектов, используя для их освещения электроны. Электронный микроскоп позволяет видеть такие мелкие детали, которые не разрешимы в световом (оптическом) микроскопе и широко применяется в научных исследованиях строения вещества.

По принципу действия и способу исследования объектов различают несколько типов: **просвечивающие, отражательные, эмиссионные, растровые, теневые** электронные микроскопы. Наиболее распространены микроскопы просвечивающего и растрового типа, обладающие высокой разрешающей способностью и универсальностью.



*Электронные микроскопы фирмы Karl Zeiss:  
а)- просвечивающий; б)- растровый.*

По разрешающей способности электронные микроскопы разделяют на три класса:

Класс микроскопа	Пространственное разрешение
первый	0,2-1,5 нм (2-15 А)
второй	2-3 нм (20-30 А)
третий	5-15 нм (50-150 А).

## Основные виды электронной микроскопия:

- Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)
- Растровая электронная микроскопия (РЭМ)
- Электронно-зондовый микроанализ

Идея первого электронного микроскопа с магнитными линзами была высказана, а затем и осуществлена Эрнстом Руска и Максом Кнолем в 1931 году. Первое время электронная микроскопия применялась для наблюдения биологических объектов. Первые электронно-микроскопические снимки были опубликованы Л. Мартоном в 1934 г. В 1940 годах развивается метод реплик (H.Mahl, 1940) и декорирования (H.Muller, 1942), что дало возможность изучать неорганические материалы. С 50-х годов, с повышением ускоряющего напряжения в электронных микроскопах, становится возможным исследование тонких металлических фольг и пленок на просвет. Так, в 1956 г. выходит работа П. Хирша по наблюдению дислокаций и дефектов упаковки в металлических фольгах. В этот период электронная микроскопия быстро развивается, совершенствуются методы и приборы, появляются разнообразные методики приготовления тонких образцов. Метод электронной микроскопии начинает активно и широко применяться в материаловедении и в частности использоваться для изучения структуры аморфных металлических сплавов.



История:

1926 - 1-я магнитная линза. (Busch H.)

1927 - открытие дифракции электронов. (Davidson C.J., Germer L.N., Thompson G.P., Reid A.)

1932 - 1-й электронный микроскоп с магнитными линзами. (Knoll M. Ruska E.)

1934 - 1-е эл. микр. Изображение. (Marton L. - биологические объекты).

1949 - Полосы скольжения в Al. (Хейденрайх Р.)

1956 - Электронномикроскопическое обнаружение дислокаций. (Хирш П., Боллман).

1957 - Изображение кристаллической решетки. (Menter J.W.,  $d = 7 \text{ \AA}$ ).

1962 - Изображение кристаллической решетки. ( $d = 3 \text{ \AA}$ ).

50-е годы - Создание теории контраста.

60-е - 70-е годы - Развитие высоковольтной (миллионы вольт) электронной микроскопии, электронной микроскопии высокого ( $d = 1 \text{ \AA}$ ) разрешения, аналитической просвечивающей электронной микроскопии.

80-е - 90-е гг. - Компьютерные методы обработки информации.



Руска и Кнолл с изобретенным ими  
микроскопом

Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) предполагает изучение тонких образцов с помощью пучка электронов, проходящих сквозь них и взаимодействующих с ними. Электроны, прошедшие сквозь образец, фокусируются на устройстве формирования изображения: флуоресцентном экране, фотопластинке или сенсоре ПЗС-камеры.

Благодаря меньшей чем у света длине волны электронов ПЭМ позволяет изучать образцы с разрешением в десятки тысяч раз превосходящим разрешение самого совершенного светоптического микроскопа. С помощью ПЭМ возможно изучение объектов даже на атомарном уровне. ПЭМ является одним из основных методов исследования в целом ряде прикладных областей: физике, биологии, материаловедении и т.д.

На относительно малых увеличениях контраст на ПЭМ возникает из-за поглощения электронов материалом исследуемого образца. На высоких увеличениях сложное взаимодействие волн формирует изображение, требующее более сложной интерпретации.

Современные ПЭМ имеют режимы работы, позволяющие изучать элементный состав образцов, ориентацию кристаллов, фазовый сдвиг электронов и т.п.

ПЭМ всегда состоит из следующих основных частей: вакуумная система, источник электронов, серия электромагнитных линз, устройства формирования изображения, а также устройства для ввода, вывода и перемещения образца под электронным пучком.

Электромагнитные линзы и пластины позволяют оператору манипулировать электронным пучком так, как требуется для того или иного режима работы, на устройстве формирования изображения получают результирующие выходные данные.

Современные ПЭМ позволяют работать в следующих основных режимах:

Светлое поле (контраст формируется за счет поглощения электронов образцом)

Темное поле (контраст в зависимости от атомного номера)

Дифракционный контраст (контраст вызванный рассеянием Брэгга, возникающим при попадании пучка в кристаллическую структуру)

Спектроскопия энергетических потерь электронов (измерение потери электроном начальной энергии после прохождения через образец), а также энергетическая фильтрация

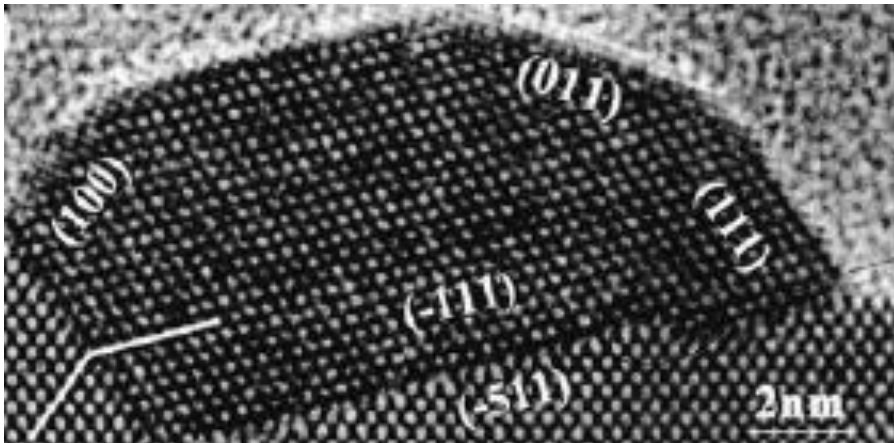
Элементное картирование с помощью рентгеновского энергодисперсионного спектрометра

Изображение во вторичных электронах

Изображение в обратно-рассеянных электронах

Электронно-лучевая томография (объемное изображение образца)

Особенностью электронной микроскопии является возможность прямого наблюдения структуры материалов. Важным так же является возможность проведения «in-situ» экспериментов, т.е. непосредственно в колонне электронного микроскопа. Это позволяет наблюдать структуру материалов в процессе деформации, осуществления фазовых переходов и эволюцию атомной структуры при термических воздействиях, рост нанокристаллов и другие процессы.



Микрофотография сечения нанопроволоки  $\text{CoSi}_2$ , выросшей на поверхности кремния

Источник: Handbook of microscopy for nanotechnology / edited by Nan Yao. Zhong Lin Wang. 2005 Kluwer Academic Publishers

На рис. схематично представлен механизм взаимодействия электронного пучка с материалом образца, а также вторичное излучение и вторичные электроны, способные нести информацию о структуре и элементном составе материала пробы.



Взаимодействие первичного электронного пучка и получаемая аналитическая информация

На рис. представлена схема детектирования аналитической информации различными анализаторами. Такие аналитические приставки, как рентгеновский энергодисперсионный спектрометр, электронный Оже-спектрометр, детектор вторичных электронов, нашли широкое применение и в сканирующем ПЭМ. За счет субнанометрового размера электронного зонда разрешение таких спектрометров составляет единицы нанометров.

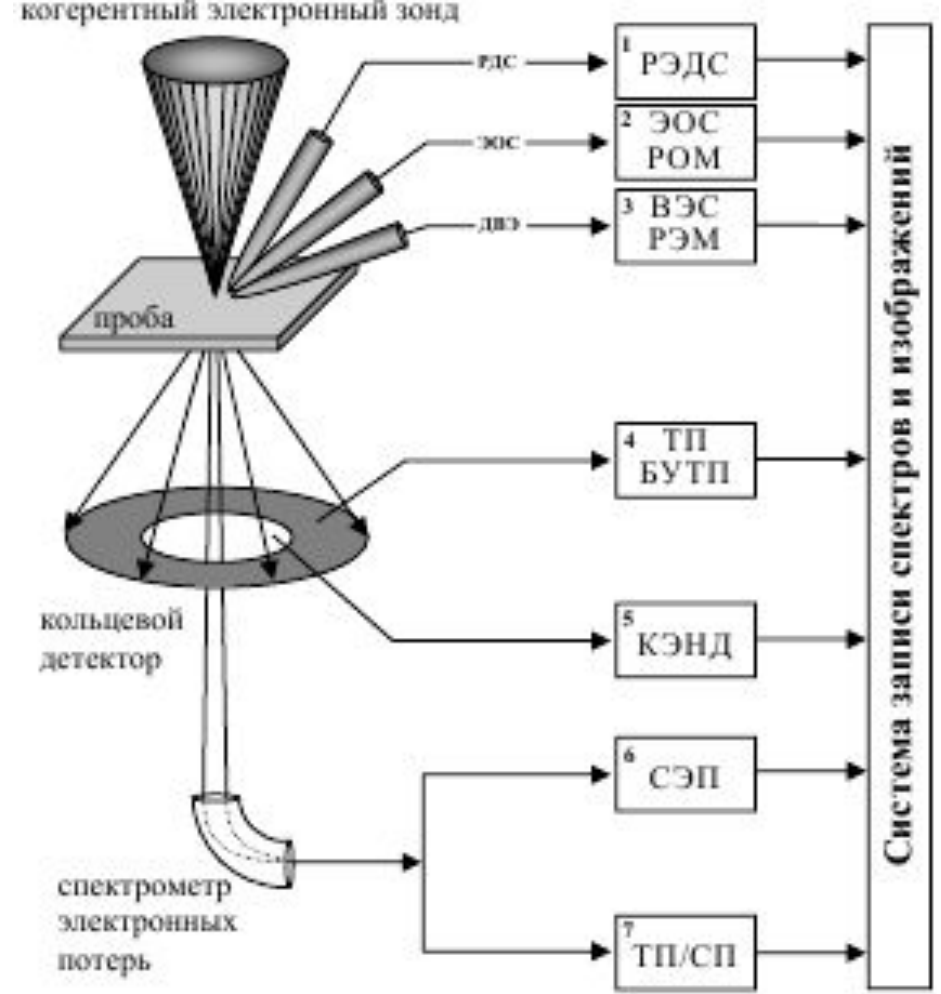


Схема ПЭМ и основные анализаторы, применяемые в методе.

1. Энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (РЭДС);
2. Электронная Оже-спектроскопия/микроскопия (ЭОС/РОМ);
3. Растровая электронная микроскопия (РЭМ), вторично-электронная спектроскопия (ВЭС);
4. Угловые ПЭМ-изображения в темном поле (УТП) большеугольные изображения в ТП (БУТП) ;
5. Когерентная электронная нанодифракция (КЭНД);
6. Спектроскопия электронных потерь (СЭП);
7. ПЭМ-изображения в темном и светлом поле (ТП/СП)



# ПРОСВЕЧИВАЮЩИЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП

Электроны ускоряются, а затем фокусируются магнитными линзами. Увеличенное изображение, создаваемое электронами, которые проходят через диафрагму объектива, преобразуется люминесцентным экраном в видимое или регистрируется на фотопластинке. В ПЭМ можно получить увеличение до 1 млн.

1 - источник электронов;

2 - ускоряющая система;

3 - диафрагма;

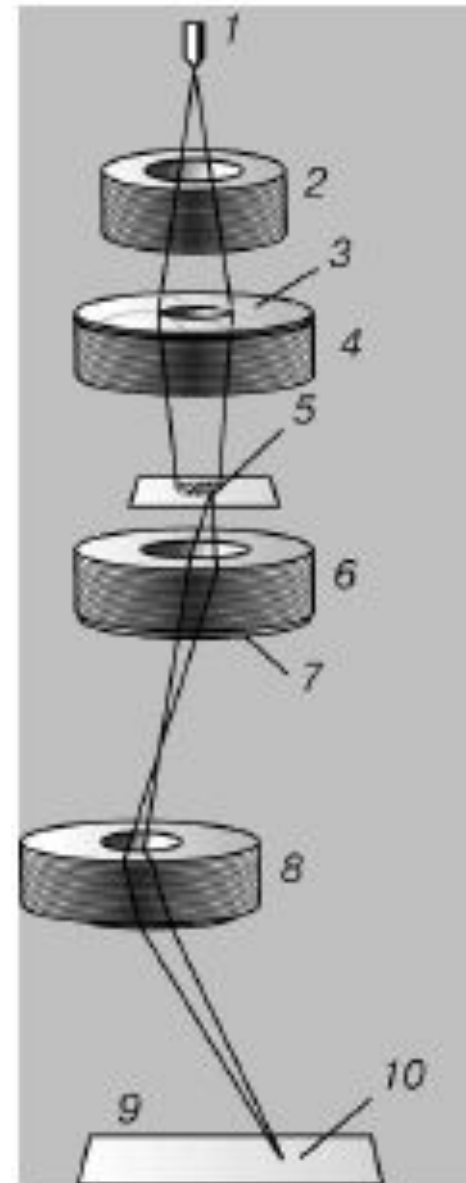
4 - конденсорная линза; 5 - образец;

6 - объективная линза; 7 - диафрагма;

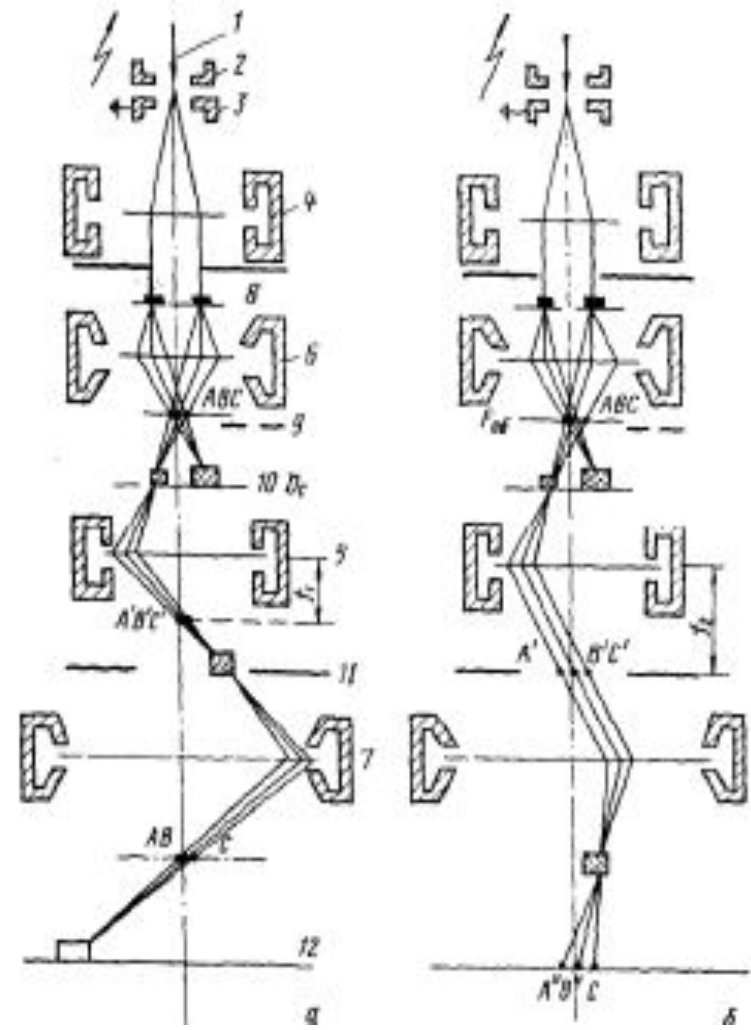
8 - проекционная линза;

9 - экран или пленка;

10 - увеличенное изображение.

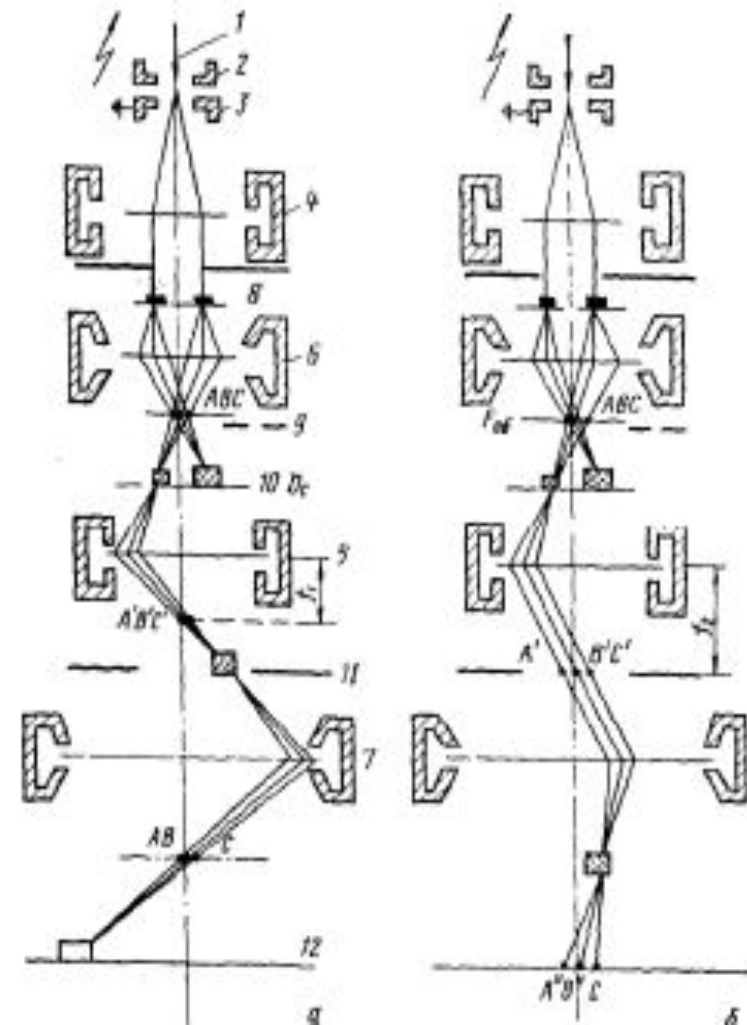


Электронная пушка 1-3 и электромагнитная конденсорная линза 4 (обычно их две) вместе с конденсорной диафрагмой формируют на образце 8 слабо расходящийся пучок быстрых электронов. Образец находится в передней фокальной плоскости объективной линзы 6 (сильная). Электроны, рассеянные образцом фокусируются в задней фокальной плоскости объектива, где располагается апертурная диафрагма 9, причем в одну точку собираются электроны, рассеянные разными точками образца под одним и тем же углом. То есть, в этой плоскости формируется первичное дифракционное изображение объекта  $A B C$  (электроннограмма). Интерференция этих дифрагированных лучей дает в плоскости, оптически сопряженной с передней фокальной плоскостью объектива, первичное микроскопическое изображение объекта (перевернутое и увеличенное в  $\sim 100$  раз). В этой плоскости располагается селекторная диафрагма (СД) 10. Фокусировку осуществляют изменением тока в обмотке объективной линзы.



Принципиальная оптическая схема ПЭМ  
 (а)- в режиме получения микроскопического изображения;  
 (б) - в режиме получения дифракционной картины

Изображение из плоскости СД промежуточной линзой 5 (слабая) переносится в плоскость полевой диафрагмы 11 с небольшим увеличением (до 10 раз), а главная проекционная линза 7 (сильная) переносит это изображение из своей передней фокальной плоскости на экран 12 (то есть в свою заднюю фокальную плоскость) с увеличением около 100 раз. Таким образом, общее увеличение микроскопа с тремя формирующими изображение линзами составляет до 100 000 раз. Благодаря применению в проекционной системе двух линз (5 и 7), возможно легко изменять увеличение в очень широких пределах (начиная от светооптических) с соответствующим изменением изображаемого поля предмета и при неизменном размере конечного изображения. Изменение увеличения достигается плавным изменением тока в промежуточной линзе и ступенчатым (смена диапазона увеличения) - в проекционной.



Принципиальная оптическая схема ПЭМ

- (а)- в режиме получения микроскопического изображения;
- (б) - в режиме получения дифракционной картины

Наличие промежуточной линзы позволяет также легко получать на экране увеличенное изображение дифракционной картины. Если уменьшить ток промежуточной линзы так, чтобы ее фокусное расстояние увеличилось от  $f_1$  до  $f_2$ , рис., то в ее передней фокальной плоскости окажется первичное дифракционное изображение  $A B C$ , которое промежуточной и проекционной линзами будет перенесено с увеличением в несколько сот раз в плоскость экрана. Таким образом, изменяя ток промежуточной линзы, можно переводить микроскоп из режима наблюдения микроскопического изображения в режим наблюдения дифракционной картины (электронограммы микродифракции) и наоборот.

На рис. видно, что в образовании окончательной дифракционной картины  $A''B''C''$  на экране принимают участие те лучи, которые соответствуют участку первичного микроскопического изображения, ограниченному  $CD$ , то есть лучи, рассеянные на том участке объекта, который ограничивается изображением отверстия  $CD$  в плоскости объекта. Меняя положение  $CD$ , или перемещая образец, можно получать дифракционные картины от разных участков, размер которых определяется физическим размером  $CD$  и оптической силой объективной линзы, то есть размером изображения  $CD$  в плоскости объекта. Этот размер равен размеру  $CD$  (обычно около 0,1 мм), деленному на увеличение линзы  $\beta$  (около 100), то есть около 1 мкм.

**Изображение.** Контраст в ПЭМ обусловлен рассеянием электронов при прохождении электронного пучка через образец.

Если образец достаточно тонок, то доля рассеянных электронов невелика. При прохождении электронов через образец одни из них рассеиваются из-за столкновений с ядрами атомов образца, другие - из-за столкновений с электронами атомов, а третьи проходят, не претерпевая рассеяния. Степень рассеяния в какой-либо области образца зависит от толщины образца в этой области, его плотности и средней атомной массы (числа протонов) в данной точке. Электроны, выходящие из диафрагмы с угловым отклонением, превышающим некоторый предел, уже не могут вернуться в пучок, несущий изображение, а поэтому сильно рассеивающие участки повышенной плотности, увеличенной толщины, места расположения тяжелых атомов выглядят на изображении как темные зоны на светлом фоне.

## Падающий пучок электронов

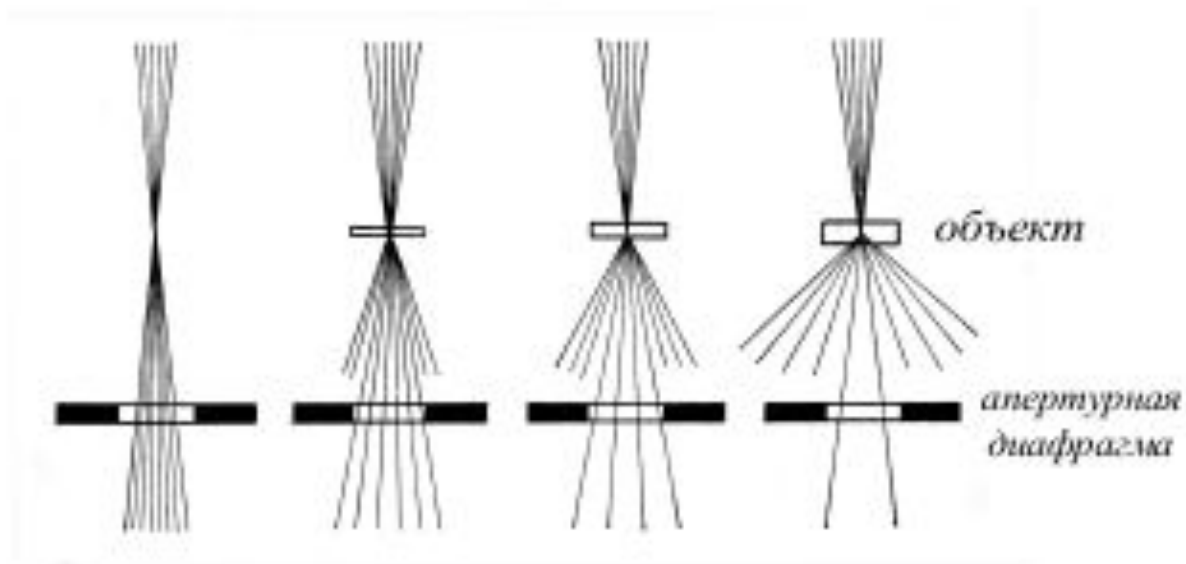


Схема образования контраста изображения некристаллического объекта:  
1 - объект разной толщины; 2 - апертурная диафрагма.

Контраст, то есть различие в яркости различных участков изображения, создается в ПЭМ по разным причинам в зависимости от того, является ли объект исследования **кристаллическим** или **аморфным**.

Для **аморфных объектов** образование контраста связано с различной толщиной или/и плотностью разных участков объекта. Чем толще (или плотнее) участок образца, тем в большем интервале углов происходит рассеяние электронов (именно рассеяние, так как при поглощении неизбежно повреждение или даже разрушение объекта).

Для **кристаллических объектов** контраст имеет дифракционную природу и может быть **амплитудным** или **фазовым** (интерференционным).

При **амплитудном контрасте** интенсивность дифрагированного пучка от участка образца  $I_d$  определяется тем, как кристаллические плоскости ( $hkl$ ) расположены по отношению к падающему пучку электронов интенсивностью  $I_0$ . Если угол падения равен брегговскому, то  $I_d$  имеет максимальное значение. Чем сильнее плоскости ( $hkl$ ) отклоняются от точной брегговской ориентировки, тем меньше величина  $I_d$ . Если пренебречь эффектами поглощения электронов в образце, то интенсивность пучка, прошедшего в направлении падающего луча  **$I_{пр} = I_0 - I_d$** . В металлических сплавах в подавляющем большинстве случаев максимальное значение межплоскостного расстояния  $d \leq 3 \text{ \AA}$ . Это означает, что минимальный угол дифракции  $2\theta$  для  $U=100 \text{ кВ}$  ( $\lambda = 0,037 \text{ \AA}$ ) составляет  $0,012 \text{ рад.}$ , что больше апертурного угла. Следовательно, через апертурную диафрагму сможет пройти и сформировать микроскопическое изображение только один луч: **прямой** или **дифрагированный**.



**Светлопольное изображение** формируется прямым пучком, а **темнопольное** - дифрагированным, рис.

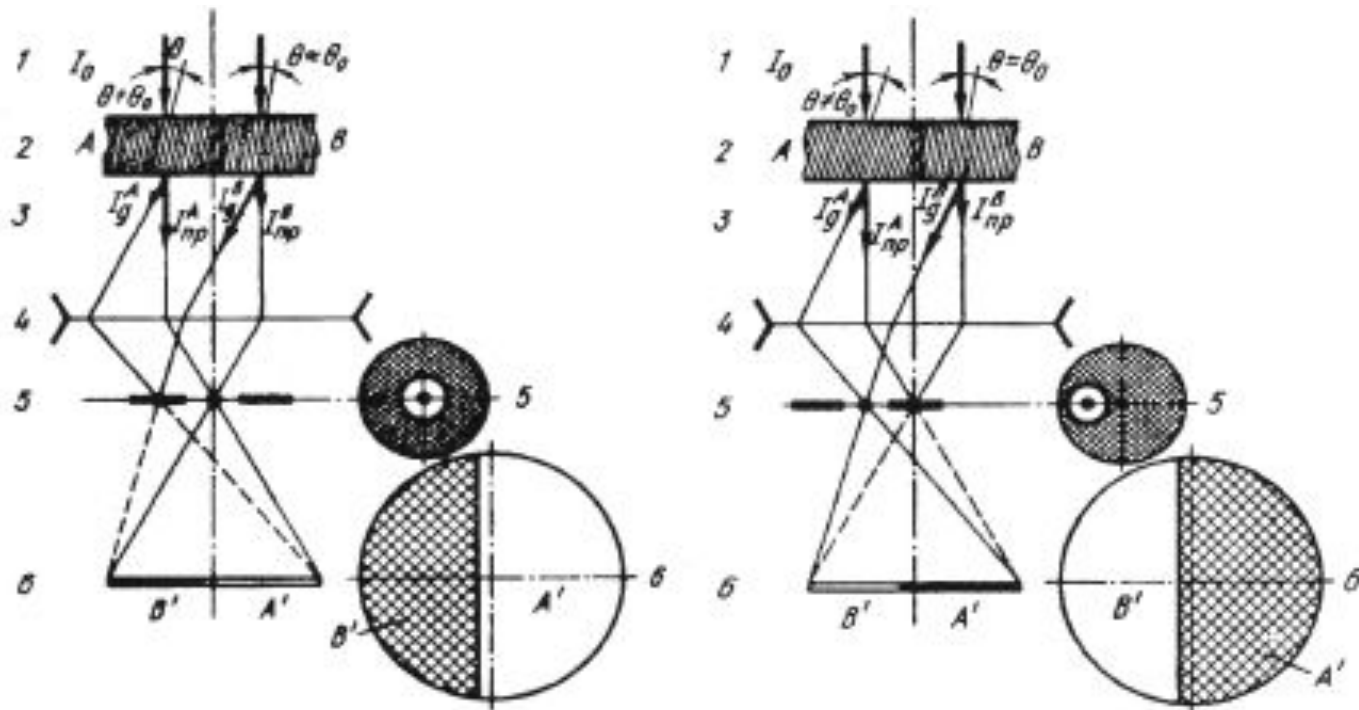
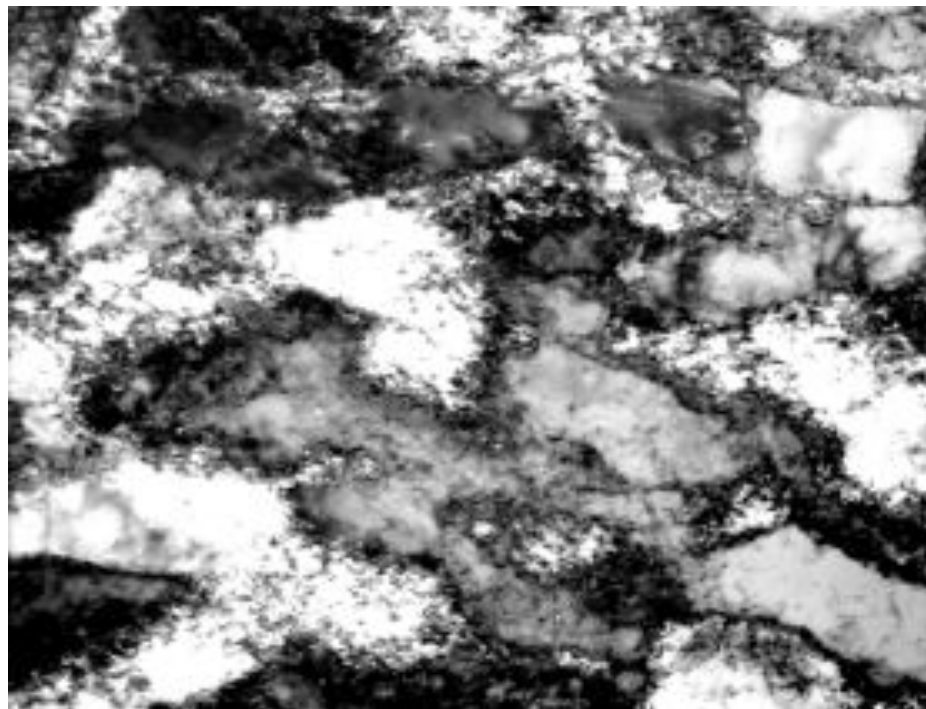


Рисунок - Схема формирования светлопольного (а) и темнопольного (б) изображений: 1 - падающий пучок электронов; 2 - объект; 3 - дифрагированные пучки; 4 - объективная линза; 5 - апертурная диафрагма; 6 - первичное микроскопическое изображение; А и В - зерна различной ориентации (В - ближе к «отражающему» положению).

Поэтому те участки образца (зерна, субзерна), которые ближе к отражающему положению (брегговскому положению для определенного семейства  $(hkl)$ ), будут на светлопольном изображении темнее ( $I_{пр}$  меньше), а те, которые больше отклоняются от отражающего положения - светлее ( $I_{пр}$  - больше), рис. На темнопольном изображении картина будет обратной.

Светлопольное  
изображение зерен в  
хромистой бронзе.  
Увеличение 30 000



**Фазовый, или интерференционный контраст** в изображении кристаллов создается тогда, когда интерферируют лучи, дифрагированные на кристаллической решетке. Очевидно, что для этого через апертурную диафрагму должны пройти, по крайней мере, два луча, например прошедший в направлении падающего пучка и дифрагированный (рассеянный под углом  $2\theta$ ), рис. В этом случае в изображении возникает система параллельных полос, соответствующих той системе кристаллографических плоскостей ( $hkl$ ) с межплоскостным расстоянием  $d_{hkl}$ , рассеяние электронов на которой «породило» дифрагированный пучок.

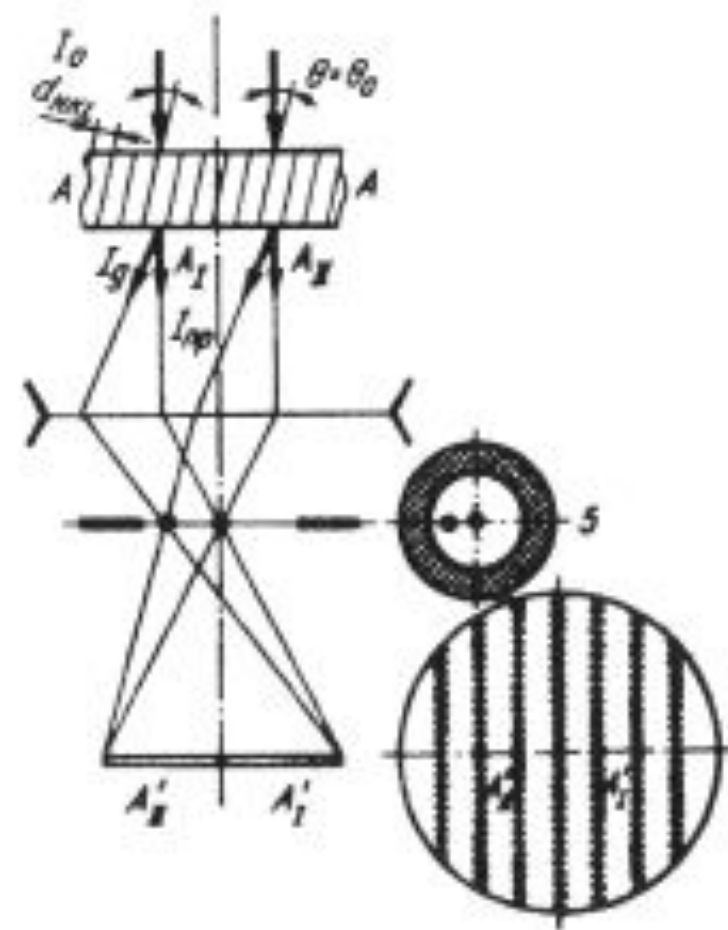


Схема формирования изображения кристаллической решетки. Изображение - результат интерференции двух пучков, прошедших через апертурную диафрагму

## Теоретические основы электронной оптики.

Электронный пучок в ПЭМ должен иметь определенные характеристики, которые задаются как электронным источником, так и конструкцией электронной пушки. В качестве источника электронов используются два основных типа электронных пушек: термоэлектронные (ТЭП) и автоэмиссионные (АЭП). Отметим сразу, что эти два источника не взаимозаменяемы! АЭП дает более монохроматический пучок, но ПЭМ с АЭП стоит в  $\sim 2$  раза дороже, чем с ТЭП.

## Источник с термоэлектронной эмиссией

Мы можем нагреть вещество до такой температуры, что электроны могут преодолевать потенциальный барьер,  $\Phi$ , разделяющий поверхность и вакуум. Этот барьер называется «работой выхода» ("work function") и измеряется обычно в вольтах. Согласно закону Ричардсона,

$$J = AT^2 \exp(-\Phi/kT),$$

где  $A$  - «константа» Ричардсона в единицах  $A/m^2K^2$ , зависящая от материала, ток  $J$  возникает когда источник нагрет до температуры  $T$  при которой  $kT$  сопоставимо с потенциальным барьером  $\Phi$ . Однако, если  $kT$  достигает несколько эВ, то большинство материалов либо плавится, либо испаряется. Поэтому, в ТЭП используют либо материалы с высокой температурой плавления, либо с очень малой работой выхода. На практике используют либо вольфрамовую нить ( $T_m=3660K$ ), либо гексаборид лантана ( $LaB_6$ ), имеющий низкую работу выхода.

Источник на кристалле  $\text{LaB}_6$  имеет четкую огранку, характерную для кубической решетки с ориентацией  $\langle 001 \rangle$ . Цилиндр Венельта и, через регулируемое сопротивление, катод находятся под высоковольтным потенциалом (порядка  $E_0$ ), относительно анода, который заземлен.  $W$ -нить нагревается за счет дополнительного источника питания,  $\text{LaB}_6$  источники, обычно нагреваются путем контакта с нитью накала, обычно ренийевой, нагреваемой резистивным путем. Имея небольшой отрицательный потенциал относительно катода, цилиндр Венельта является, по сути, простой линзой, которая фокусирует пучок в позиции кроссовера пушки.

Основными характеристиками электронного источника являются такие как интенсивность, яркость, когерентность, стабильность.

**Интенсивность источника** – это число испускаемых электронов за единицу времени, отнесенное к единице площади излучающей поверхности, плотность эмитируемого тока.

**Яркость** – это плотность тока в единице телесного угла. Плотность тока равна  $i_e / [\pi(d_0/2)^2]$ , а телесный угол –  $\pi\alpha_0^2$  и яркость  $\beta$  равна  $\beta = 4i_e / (\pi d_0 \alpha_0)^2$ , при этом  $\beta$  линейно растет с увеличением ускоряющего напряжения. Величина яркости весьма важна для микроанализа в ПЭМ и СЭМ, где используются очень тонкие пучки, но не столь важна для стандартной ПЭМ.

Очевидно, что, чем выше яркость, тем больше плотность тока на образце, тем больше информации можно получить, но тем больше радиационных нарушений в радиационно-чувствительных образцах.

## Когерентность и энергетический разброс

Всем известно, что белый свет некогерентен, поскольку является смесью волн с разными длинами. Чтобы получить когерентный пучок электронов, необходимо создать пучок, в котором электроны имеют одинаковую длину волны, т.е. монохроматичный пучок. В реальном пучке имеется разброс по энергиям электронов  $\Delta E$ , и электрон можно представить как волновой пакет с длиной когерентности  $\lambda_c = v h / \Delta E$ , где  $v$  - скорость электронов,  $h$  - постоянная Планка.



## Пространственная когерентность и размер источника.

Пространственная когерентность обусловлена размерами источника. Идеальная пространственная когерентность подразумевает испускание из одной точки источника. Т. о., размер источника определяет пространственную когерентность, чем меньше размер, тем выше когерентность. Пространственная когерентность может быть оценена подсчетом числа интерференционных полос в электронной дифракционной картине от края отверстия, аналогично оптической дифракции на би призме Френеля. Критический размер источника  $d_c$ , когда сохраняется когерентность, может быть оценена из соотношения  $d_c = \lambda / (2\alpha)$ , где  $\lambda$  электронная длина волны,  $\alpha$  - угол расходимости пучка из ионного источника. Воспользовавшись этим соотношением, для разумных величин  $\alpha$  можно получить, что когерентность сохраняется при размерах источника всего в несколько нанометров.

Когерентность можно повысить путем :

- Уменьшения  $d_s$ , например, используя автоэмиссионный электронный источник
- Использованием малой апертуры, уменьшающей угол  $\alpha$
- Если размер источника большой (например, W-катод, см. ниже), то можно уменьшить энергию, увеличивая тем самым,  $\lambda$ .

## Стабильность

Стабильность пучка определяется стабильностью высокого напряжения и стабильностью электронного источника.

Термоэлектронные источники обычно стабильны за исключением начального и конечного периодов работы.

Обычно вариация интенсивности не превышает 1% в час.

Стабильность автоэлектронного источника обычно не велика, и его 5%-ная стабильность обеспечивается за счет электрической обратной связи. Стабильность улучшается с улучшением вакуума

Апертуры в ПЭМ предназначены для уменьшения телесного угла, видимого линзой, тем самым, способствуют увеличению разрешения, глубины поля и глубины фокуса, контраста изображения, углового и разрешения в электронограмме. Основными апертурами являются конденсорная, объектная и селекторная.

Как и в световой оптике, в электронной оптике ПЭМ действует уравнение Ньютона  $1/u + 1/v = 1/f$ , где  $u$  и  $v$  расстояние от линзы до объекта и изображения,  $f$  - фокусное расстояние. Увеличение равно  $M = v/u$ , или  $M = \beta/\alpha$ , где  $\beta$  и  $\alpha$  телесные углы объекта и изображения. В отличие от оптических линз, положение электронных линз фиксировано, а фокусное расстояние изменяется путем вариации тока через обмотку линз. Если ток больше оптимального, то изображение будет располагаться над желаемой плоскостью изображения. В этом случае говорят, что линза перефокусирована. При слабом токе линза недофокусирована. Обмотка располагается в каркасе из магнитомягкого материала. Каркас имеет отверстие, в которое может вставляться апертура, и зазор, играющий роль полюсных наконечников, где собственно и формируется аксиально-симметричное, но не однородное вдоль оптической оси магнитное поле, фокусирующее электроны пучка.

Глубина поля  $D_{ob} = d_{ob} / \beta_{ob}$  - это глубина резкости в области объекта, расстояние вдоль оси по обе стороны от объектной плоскости в пределах которого изображение будет четким. Глубина фокуса  $D_{Im} = d_{ob} M^2 / \beta_{ob}$  - это расстояние вдоль оси по обе стороны от плоскости изображения, в пределах которого изображение будет резким.  $d_{ob}$  - пространственное разрешение в объектной плоскости.  $M$  - коэффициент увеличения.  $\beta_{ob}$  - полуугол захвата линзой лучей исходящих от объекта.

В просвечивающем электронном микроскопе линзы, так же как и в оптическом микроскопе, являются частью, определяющей основные характеристики ПЭМ. Линзы используются для собирания лучей исходящих из точки объекта и создают точку в изображении, а также для фокусирования лучей в точку на фокальной плоскости линзы.

Большинство линз в ПЭМ являются слабыми линзами с большими зазорами. Они либо уменьшают изображение источника на образце, либо увеличивают изображение или электронограмму и проецируют их на экран ПЭМ. Объектная линза является сильной короткофокусной линзой, которая формирует изображения и электронограммы, для последующего увеличения другими линзами. Среди многочисленных дефектов электромагнитных линз в ПЭМ основными дефектами, ограничивающими разрешение ПЭМ, являются:

сферическая аберрация, хроматическая аберрация  
астигматизм, кома, и дисторсия.

Эффект **сферической аберрации** связан с неидеальным действием на лучи, идущие вдали от оптической оси. Чем дальше от оси движется электрон, тем сильнее он отклоняется по направлению к оси. В результате точка изображается в виде диска конечного размера. При отсутствии сферической аберрации  $C_s = 0$  изображение должно быть точечным в плоскости, называемой гауссовой плоскостью изображения. В действительности,  $C_s > 0$ , и точка превращается в некоторую область с конечными размерами в форме эллипса. Наименьший диаметр изображения источника располагается несколько выше гауссовой плоскости, в плоскости наилучшей фокусировки. Как показывают несложные оценки, диаметр точки в гауссовой плоскости в параксиальном приближении составляет  $\delta = 2C_s\beta^3$ , где  $\beta$  - телесный угол обзора линзы, а коэффициент  $C_s$  называют коэффициентом сферической аберрации.

**Эффект хроматической аберрации** связан с немонохроматичностью электронов, и с разным отклонением в электромагнитном поле электронов, отличающихся энергией. Электроны с более низкими энергиями, отклоняются на больший угол.

Поле в межполюсном зазоре электромагнитных линз должно быть идеально аксиально симметричным. Из-за неточностей в профиле сердечника из магнитомягкого железа и его полюсных наконечников аксиальная симметричность поля нарушается. Неоднородность химического состава магнитомягкого материала приводит к возмущениям магнитного поля. Апертура может располагаться также не идеально в центре. Помимо этого, загрязнения нарушают идеальность отверстия. В результате идеальность геликоидальной траектории электронов нарушается, что приводит к астигматизму.



Многочисленные причины **астигматизма** приводят к размытию точки в диск с радиусом  $r_{ast} = \beta \Delta f$ , где  $\Delta f$  разброс в фокусном расстоянии из-за астигматизма. Астигматизм можно скорректировать, используя стигматоры, которые представляют собой небольшие октупольные линзы, поле которых компенсирует неоднородности поля основной линзы. Стигматоры имеются в конденсорной и объектной линзах. Параллельный пучок имеет более высокую когерентность и, соответственно, наилучшую контрастность изображения и резкость электронограмм. Более высокую когерентность получают, используя меньшую апертуру. Режим сходящегося пучка используется для минимизации размеров освещаемой области образца, в микроанализе, микродифракции или СПЭМ.

Если рассматривать изображения точек образца, располагающихся на некотором расстоянии от оптической оси линзы, то изображения их будут размытыми даже в случае полной компенсации сферической аберрации. Такие искажения получили название кома.

И, наконец, аберрация, называемая дисторсией, возникает, когда отдельные точки объекта, располагающиеся на разных расстояниях от оптической оси, имеют разное увеличение. В случае, когда увеличение уменьшается с увеличением расстояния от оптической оси, дисторсия называется бочковидной, в противоположном случае - подушковидной.

В оптической микроскопии перечисленные виды аберраций в значительной степени удается скорректировать высоким качеством изготовления оптики и применением специальных сложных объективов (ахроматические, апохроматические). Однако, полностью исправить все аберрации линз практически невозможно.

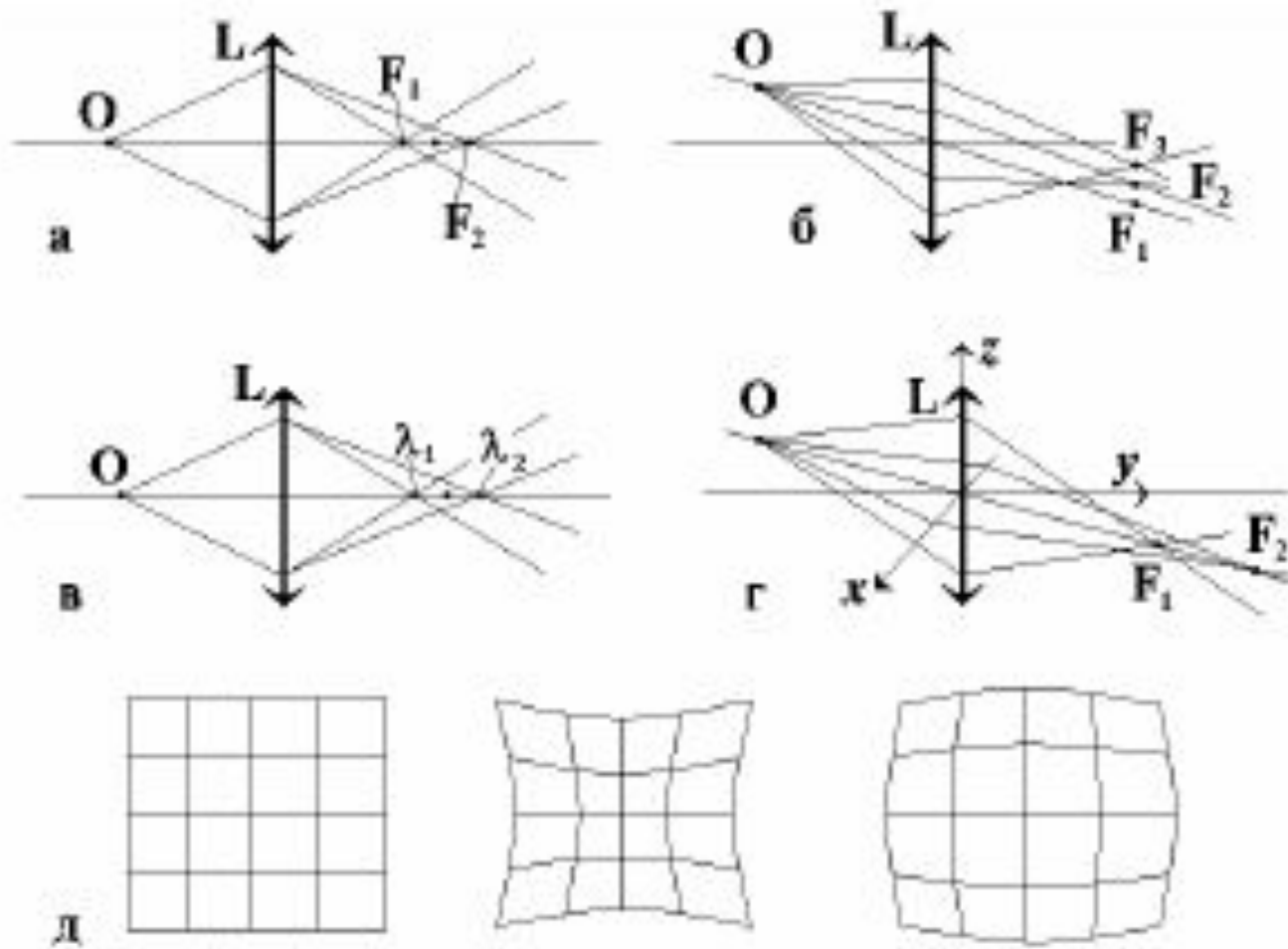


Рис. Аберрации линз. а)-сферическая аберрация, б)-кома, в)-хроматическая аберрация, г)-астигматизм, д)-дисторсия.

## Формирование изображения в просвечивающем электронном микроскопе

Ускоряющее напряжение в большинстве современных электронных микроскопах составляет 50 - 300 кВ. Это соответствует длинам волн от 0,0536 Å до 0,0197 Å.

Следствием таких малых длин волн электронов является возможность использовать их для получения прямого изображения атомов в молекулах и кристаллах. Межатомные расстояния лежат в пределах 1-4 Å, и обладая такой длиной волны, в соответствии с рэлеевским критерием разрешающей способности:

$$\delta = \frac{0.61 \cdot \lambda}{A} \text{ овая апертура}$$

разрешение атомной структуры не представляет проблем, однако на практике разрешающая способность определяется не критерием, а aberrациями линз электронного микроскопа, главным образом сферической aberrацией объективной линзы.

Электронный пучок, формируемый осветительной системой, попадает на объект и рассеивается им. Рассеянная волна преобразуется объективной линзой в изображение, которое с последующим увеличением переносится на экран системой проекционных линз. Волновую функцию изображения можно записать как:

$$\psi = F^{-1}TFq\psi_0$$

Где  $\psi_0$  - падающая на объект волна. Проходя через объект, волна  $\psi_0$  взаимодействует с потенциалом объекта, и после прохождения приобретает вид  $q\psi_0$ , где  $q$  - функция прохождения.

Рассеяние, дифракция волны описывается действием оператора Фурье  $F$  который определяет волновую функцию в задней фокальной плоскости объективной линзы. Эта функция в свою очередь модифицируется передаточной функцией  $T$  линзы. Превращение рассеянной волны в изображение описывается оператором обратного преобразования Фурье  $F^{-1}$ .

## Подготовка образцов для ПЭМ.

Изготовление качественного объекта для ПЭМ, имеющего достаточно широкие участки с хорошей светимостью, – непростая задача. Самое главное, что необходимо обеспечить – это предотвратить влияние метода изготовления объекта исследования на его структуру и химический состав. Изменение химического состава поверхности объекта возможно при химическом и электрохимическом полировании. В этом случае данные аналитических приставок (энергодисперсионный спектрометр ЭДС, спектроскоп характеристических потерь энергии электронов СХПЭЭ) будут заведомо ложными. Если стоит задача изучения дислокационной структуры материала, то применение микротомии или крупного абразивного материала на последней стадии механического утонения заготовки неизбежно привнесет артефакты (дефекты изготовления) в структуру фольги. Таким образом, необходимо заранее продумать методику подготовки того или иного образца для ПЭМ, с тем чтобы видимая в микроскопе структура являлась истинной структурой изучаемого материала

**Самоподдерживающийся образец** состоит из одного материала. При этом образец помимо тонкой части должен иметь достаточно прочный край. Механическая прочность - критический параметр самоподдерживающегося образца. Обычно это фольга, но в некоторых случаях исследуют и специальные образцы - реплики. Сравнительно простым методом получения фольги является технология химического и электрохимического полирования тонких пластин. В пластине заготовке формируется небольшое отверстие, края которого являются прозрачными для электронов с энергией 100...200 кэВ. Максимальная толщина участков фольги, обладающих достаточной прозрачностью для электронов, составляет 100...150 нм.

**Несамоподдерживающиеся образцы** крепятся на сетке или тонкой шайбе с одним отверстием. Это могут быть маленькие частички монолитного материала, полученные химическим или электрохимическим утонением, образцы после микротомирования, а также различные микрочастицы (порошки, нанотрубки), закрепленные на аморфной подложке. Сетки различаются размером и формой ячеек, кроме того, сетки бывают двусторонние, т. е. закрывающиеся. Такие сетки обычно применяют для магнитных образцов, которые могут быть вырваны сильным электромагнитным полем объективной линзы, после чего они прилипают к полюсным наконечникам этой линзы и искажают изображение. Если подобное произошло, требуется вскрытие и чистка колонны, а также последующая юстировка микроскопа.

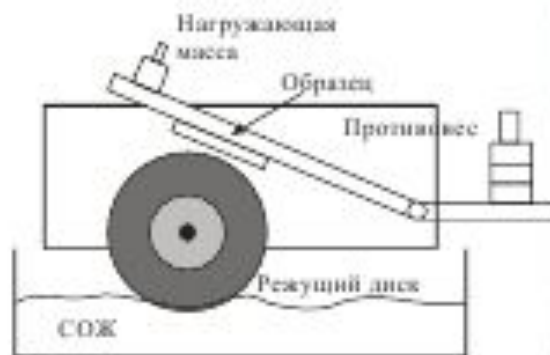




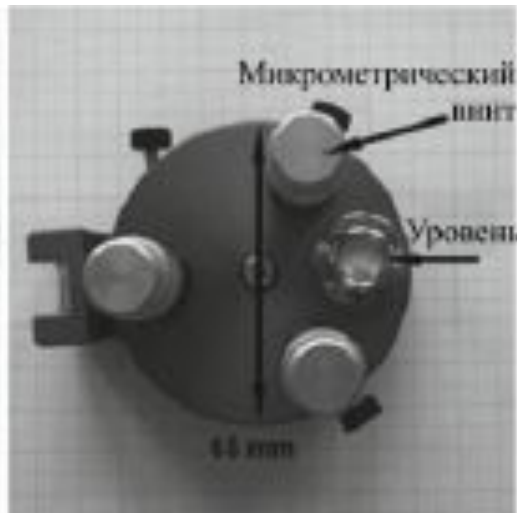
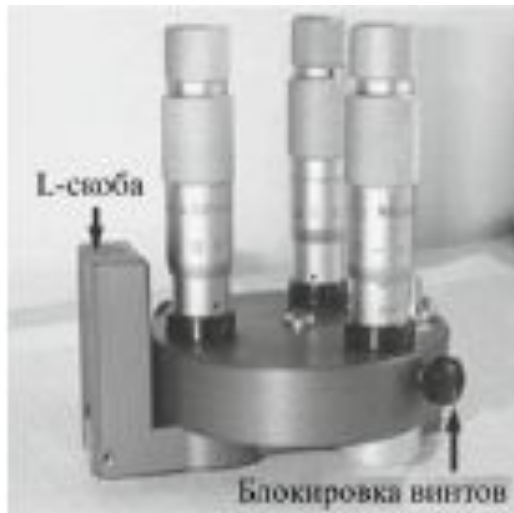
Ручной пресс



Установка ультразвуковой резки твердых материалов

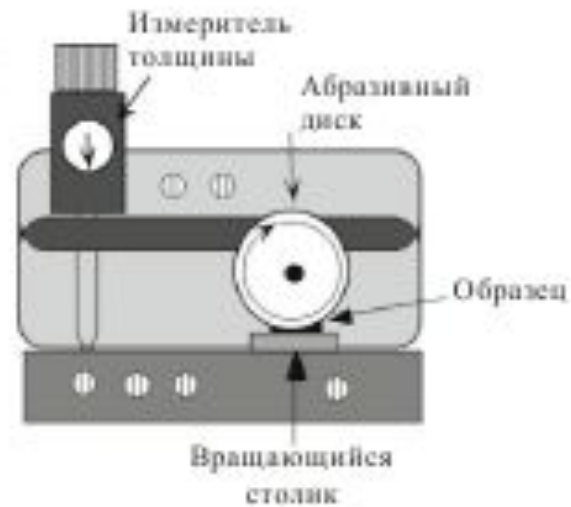


Дисковые алмазные пилы



Трипод для прецизионного механического утонения плоских и клиновидных образцов

Димпл-гриндер



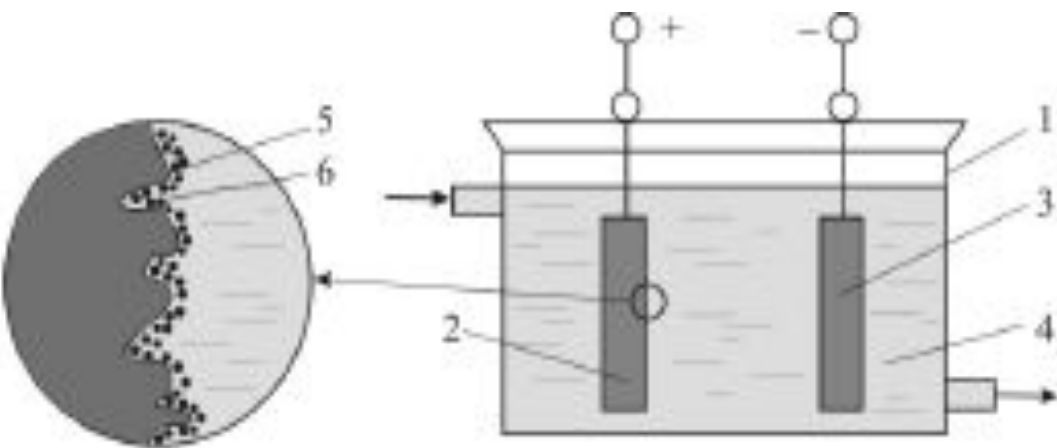
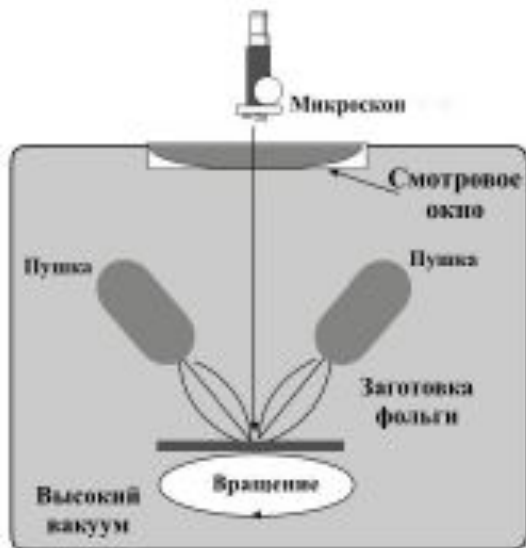


Схема электрохимического полирования:  
 1 – ванна; 2 – обрабатываемая заготовка; 3 – пластина-катод;  
 4 – электролит; 5 – микровыступ;  
 6 – продукты анодного растворения



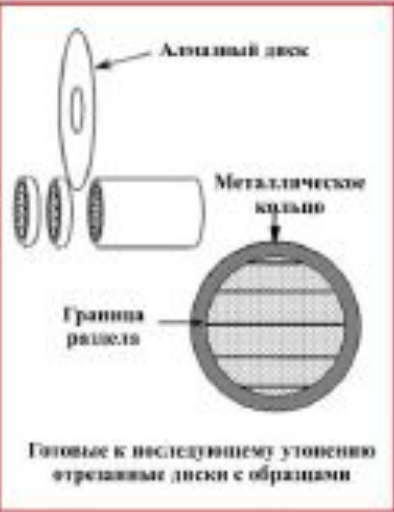
Установка струйного электролитического утонения



Установка ионного утонения тонких пластин





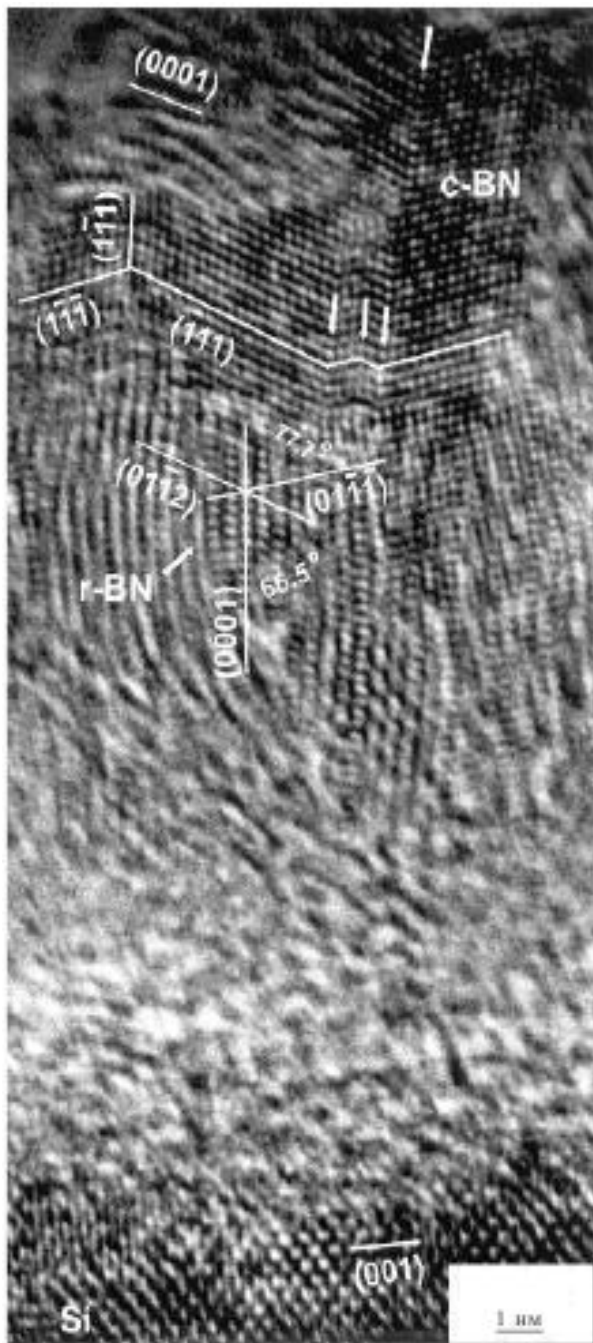


Методы изготовления образцов в поперечном сечении:  
а – с использованием трубки;  
б – с использованием шайбы

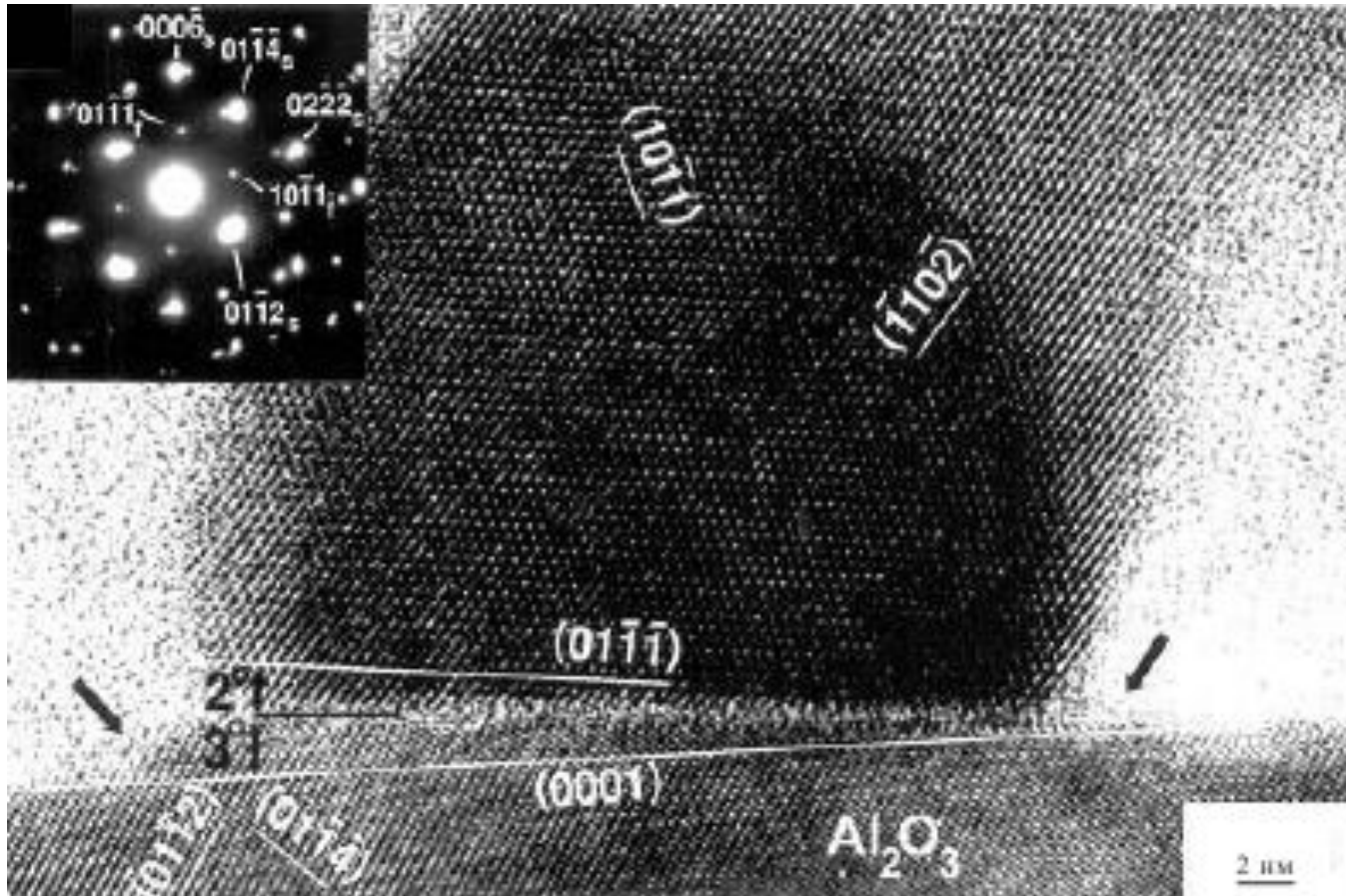
Фиксирование волокон в эпоксидной смоле





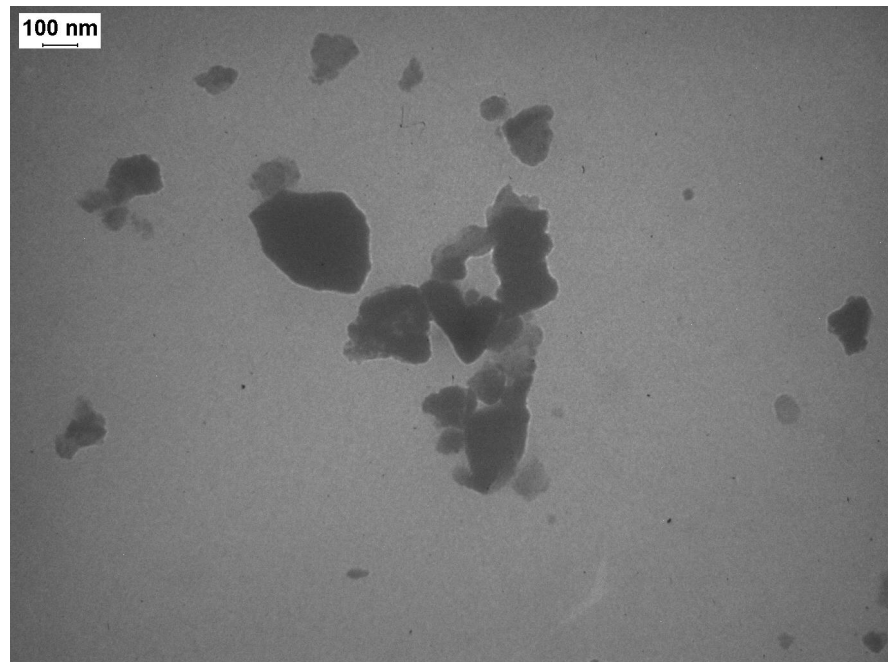
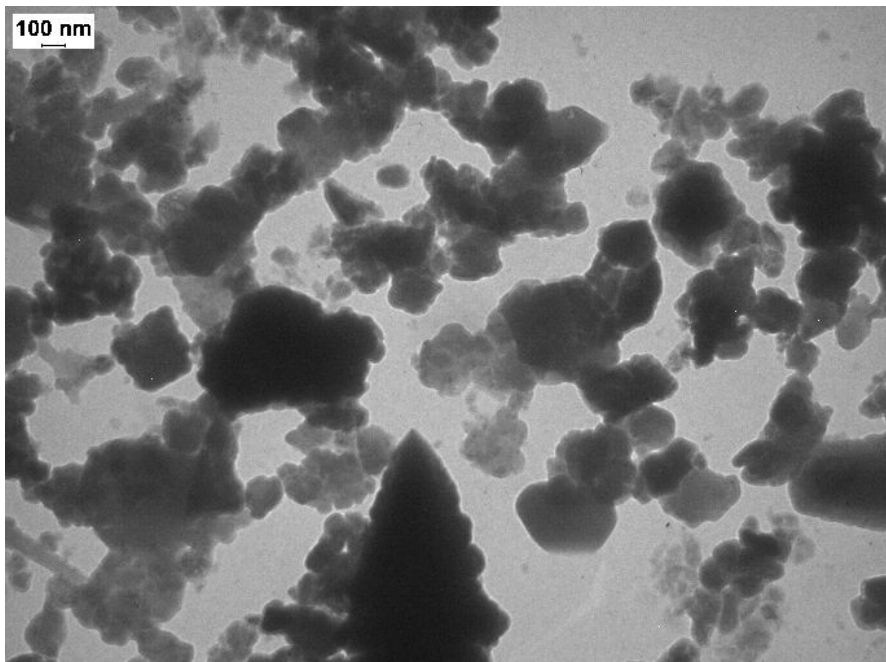


Электронно-микроскопическое изображение высокого разрешения (поперечное сечение), показывающее кристаллографию  $sp^2 \rightarrow sp^3$ -превращения.



Электронно-микроскопическое изображение высокого разрешения (поперечное сечение), показывающие зарождение кристаллита  $\text{LiNbO}_3$  на плоской террасе выступа, расположенного на поверхности подложки сапфира.





Электронные микрофотографии,  
сделанные с помощью  
просвечивающего электронного  
микроскопа с предварительной  
ультразвуковой обработкой  
исследуемых порошков вольфрама и  
титана, увеличении в 2500 раз



